

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki Siarczan cynkowy uwodniony	6191-48
		Zamiast BN-65/6191-48
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan cynkowy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan cynkowy uwodniony ma:

- wzór chemiczny $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,
- masę cząsteczkową 287,54.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki siarczanu cynkowego:

cz.d.a. — czysty do analizy,
cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu cynkowego czystego do analizy:

SIARCZAN CYNKOWY cz.d.a. BN-74/6191-48

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan cynkowy uwodniony powinien mieć postać drobnych bezbarwnych kryształków łatwo rozpuszczalnych w wodzie, wietrzejących na suchym powietrzu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Siarczanu cynkowego uwodnionego ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), %, nie mniej niż	99,5 ÷ 100,5	99,0 ÷ 100,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,02
c) pH 5-procentowego roztworu wodnego, %, nie mniej niż	5	5
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0003	0,0015
e) Azotanów (NO_3^-), %, nie więcej niż	0,001	0,005
f) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
g) Ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,003	0,005
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0005
i) Manganu (Mn^{2+}), %, nie więcej niż	0,0003	0,001
j) Soli amonowych (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,002	0,005
k) Potasu i sodu, %, nie więcej niż	0,03	0,06
l) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0001	0,0003

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 30 listopada 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 9/1975 poz. 31)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan cynkowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z korkiem zwykłym chronionym folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego, słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową albo folią z innego tworzywa sztucznego; słoiki z polietylenu lub z innego tworzywa sztucznego; worki z polietylenu lub z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 50, 100, 250, 500, 1000, 2500, 5000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że opakowania te zabezpieczają produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości siarczanu cynkowego uwodnionego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pH 5-procentowego roztworu wodnego (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości azotanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2f),
- oznaczanie zawartości ołowiu (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- oznaczanie zawartości manganu (3.2i),
- oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2j),
- oznaczanie zawartości potasu i sodu (3.2.k),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2l).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 360 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu cynkowego uwodnionego ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wersenian dwusodowy, 0,05m roztwór przygotowany wg PN-68/C-04950.
- Czerń eriochromowa T.
- Bufor octanowy przygotowany wg PN-68/C-04950.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 5,0000 g badanego siarczanu cynkowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Następnie do kolby stożkowej pojemności 250 ÷ 300 cm³ pobrać pipetą 25 cm³ roztworu (0,5 g), rozcieńczyć wodą do 100 cm³, dodać 5 cm³ roztworu buforowego o pH=10, następnie szczyptę stałej mieszaniny wskaźnika czerni eriochromowej T z chlorkiem sodowym i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia zabarwienia roztworu z czerwonego na niebieskie. Wykonać najmniej trzy oznaczenia.

Zawartość siarczanu cynkowego uwodnionego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,014377 \cdot 100 \cdot 250}{m \cdot 25} = \frac{V \cdot 14,377}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,05 m roztworu wersenianu dwusodowego, cm³,

m — odważka badanego siarczanu cynkowego, g,

0,014377 — ilość siarczanu cynkowego uwodnionego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05 m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g badanego siarczanu cynkowego rozpuścić w 100 cm³ wody w kolbie pojemności 250 cm³. Do roztworu dodać 0,5 cm³ 1-procentowego roztworu kwasu siarkowego i dalej wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany siarczan cynkowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg,
dla odczynnika cz. — 4 mg.

5.3.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu wodnego. 5,00 g badanego siarczanu cynkowego uwodnionego rozpuścić w 95 cm³ wody nie zawierającej CO₂. Oznaczanie wykonać elektrometrycznie.

Badany siarczan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli pH otrzymanego roztworu wynosi:

dla odczynnika cz.d.a. i cz. — nie mniej niż 5.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego siarczanu cynkowego rozpuścić w 30 cm³ i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposób A. Badany siarczan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. — 0,075 mg Cl⁻.

5.3.5. Oznaczanie zawartości azotanów (NO₃⁻)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04509 p. 2.3.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego siarczanu cynkowego uwodnionego rozpuścić w 10 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 60 cm³ i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04509 p. 2.5.

Badany siarczan cynkowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu będzie równe lub intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg NO₃⁻,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg NO₃⁻.

5.3.6. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu²⁺) i ołowiu (Pb²⁺)

5.3.6.1. Odczynniki, roztwory i aparatura

a) Kwas solny cz.d.a., 1n roztwór.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500.

1 cm³ roztworu wzorcowego zawiera 1 mg Cu²⁺.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500.

1 cm³ roztworu wzorcowego zawiera 1 mg Pb²⁺.

d) Żelatyna cz.d.a., 1-procentowy roztwór.

e) Polarograf.

f) Mikrobiureta.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczanu cynkowego rozpuścić w roztworze kwasu solnego. Przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 1 cm³ roztworu żelatyny i uzupełnić 1n kwasem solnym do kreski.

Otrzymany roztwór podzielić na dwie równe części. Jedną część roztworu (roztwór I) umieścić w naczynku polarograficznym i wykonać polarogram w zakresie od 0 do 0,7V w odniesieniu do elektrody kalomelowej (NEK).

Do drugiej części roztworu (roztwór II) dodać roztwory wzorcowe zawierające:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,25 mg Cu²⁺,

0,15 mg Pb²⁺,

dla odczynnika cz. — 0,25 mg Pb²⁺

i wykonać polarogram jak dla roztworu I.

Badany siarczan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wysokość fali roztworu I nie będzie większa niż różnice między wysokościami fal roztworu II i I.

Dokładne ilości zawartości miedzi i ołowiu można oznaczyć metodą dodatku wzorca, przy czym zawartość miedzi lub ołowiu (Me) obliczyć w procentach wg wzoru

$$Me = \frac{h_1 V_1 \cdot c \cdot V_w \cdot 100}{(h_2 V_2 - h_1 V_1) \cdot m_1}$$

w którym:

h_1 — wysokość fali Me (Cu lub Pb) w polarografowanym roztworze, mm,

h_2 — wysokość fali Me (Cu lub Pb) w polarografowanym roztworze z dodatkiem wzorca, mm,

V_1 — objętość roztworu badanego użytego do polarografowania, cm³,

V_2 — objętość roztworu badanego z dodatkiem wzorca, cm³,

V_w — objętość dodanego wzorca, cm³

c — stężenie wzorca (Pb lub Cu), g/cm³,

m_1 — odważka siarczanu cynku użyta do polarografowania, g.

Roztwory wzorcowe należy dodawać z mikrobiurety.

5.3.7. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak, 25-procentowy roztwór.

b) Kwas solny, 25-procentowy roztwór.

c) Kwas sulfosalicylowy, 10-procentowy roztwór.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe³⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe³⁺.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczanu cynkowego uwodnionego rozpuścić w 20 cm³ wody w kolbie pojemności 100 cm³, dodać 1 cm³ roztworu kwasu solnego, 5 cm³ kwasu sulfosalicylowego, zamieszać, po czym dodać 10 cm³ roztworu amoniaku i objętość roztworu uzupełnić wodą do 50 cm³

Badany siarczan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min żółte zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe^{3+} .

5.3.8. Oznaczanie zawartości manganu (Mn^{2+})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).
- Kwas ortofosforowy cz.d.a. stężony.
- Nadsiarczan amonowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór.

d) Azotan srebra cz.d.a., 0,1n roztwór.

e) Mieszanina kwasów przygotowana w następujący sposób: do 840 cm³ wody dodać mieszając 100 cm³ kwasu azotowego i 70 cm³ kwasu ortofosforowego, mieszaninę ostrożnie gotować przez 10 min i ochłodzić.

f) Roztwór wzorcowy zawierający Mn^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 + 990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mn^{2+} .

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu cynkowego uwodnionego rozpuścić w 10 cm³ wody w kolbie pojemności 50 cm³, dodać 15 cm³ mieszaniny kwasów, 0,1 cm³ roztworu azotanu srebra, 1 g nadsiarczanu amonowego, wymieszać i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 80÷90°C w ciągu 10 min, po czym roztwór ochłodzić.

Badany siarczan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowofioletowe zabarwienie badanego roztworu nie będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,003 mg Mn^{2+} ,
dla odczynnika cz. — 0,01 mg Mn^{2+} .

5.3.9. Oznaczanie zawartości soli amonowych

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a. (1,3).
- Odczynnik Nesslera przygotowany wg PN-68/C-06500.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony NH_4^+ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 + 990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg NH_4^+ .

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego siarczanu cynkowego uwodnionego rozpuścić w 20 cm³ wody, dodać 5 cm³ wodorotlenku sodowego, 1 cm³ odczynnika Nesslera, roztwór rozcieńczyć wodą do objętości 50 cm³ i odstawić na 5 min.

Badany siarczan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie roztworu badanego nie będzie silniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg NH_4^+ ,
dla odczynnika cz. — 0,025 mg NH_4^+ .

5.3.10. Oznaczanie zawartości potasu i sodu.

5.3.10.1. Odczynniki, roztwory i aparatura — wg PN-68/C-04953.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu cynkowego uwodnionego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w wodzie, uzupełnić roztwór wodą do kreski, dokładnie wymieszać i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

5.3.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.11.1. Odczynniki, roztwory i aparatura — wg PN-68/C-04511 p. 2.3. i 2.4.

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego siarczanu cynkowego uwodnionego rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Badany siarczan cynkowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór porównawczy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości.

dla odczynnika cz.d.a. — 0,004 mg As,
dla odczynnika cz. — 0,012 mg As,

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6191-48:

- a) wprowadzono oznaczenie miedzi dla gatunku cz.d.a.,
- b) w miejsce oznaczania sumy metali alkalicznych (jako siarczany) wprowadzono fotometryczne oznaczanie zawartości sodu i potasu,
- c) dostosowano metody badań i wymagania dla gatunku cz. do zalecenia RWPG PC 3266-71.

3. Normy związane

PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia RWPG PC 3266-71. Реактивы. Цинк сернокислый.